

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

## ⑫ 公開特許公報 (A)

昭57-147033

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
G 01 N 3/40

識別記号

府内整理番号  
6539-2G

⑭ 公開 昭和57年(1982)9月10日

発明の数 2  
審査請求 有

(全 6 頁)

## ⑮ 粒体の硬度測定装置

⑯ 特 願 昭56-32818

⑰ 出 願 昭56(1981)3月6日

⑱ 発明者 広瀬義信

大阪市生野区巽西1丁目8番1

号ロート製薬株式会社内

⑲ 発明者 吉田昭義

大阪市生野区巽西1丁目8番1

号ロート製薬株式会社内

⑳ 発明者 村田康治

大阪市生野区巽西1丁目8番1

号ロート製薬株式会社内

㉑ 出願人 ロート製薬株式会社

大阪市生野区巽西1丁目8番1

号

㉒ 代理人 弁理士 河野登夫

## 明細書

## 1. 発明の名称 粒体の硬度測定装置

## 2. 特許請求の範囲

1. 粒体を挟んで圧迫すべく、接近、離隔可能に対設された一対の挟圧部材と、一方の挟圧部材に連結された荷重計と、他方の挟圧部材に連結され、該他方の挟圧部材を前記一方の挟圧部材に対して接近、離隔させるべく移動させる駆動手段とを具備することを特徴とする粒体の硬度測定装置。

2. 前記駆動手段は気圧アクチュエータを含む特許請求の範囲第1項記載の粒体の硬度測定装置。

3. 前記気圧アクチュエータは、圧気を供給し得べく構成した筒体内に前記他方の挟圧部材に連結した杆体を遊嵌し、筒体と杆体との間に筒体内の気圧の変化にて杆体を筒体軸長方向に変位せしめ得るべくダイアフラムを介装した特許請求の範囲第2項記載の粒体の硬度測定装置。

4. 前記駆動手段は、気圧アクチュエータと、可操作性を有するサイホンにて連通連結した2つの液体収容容器と、一方の液体収容容器にこれを上下動せるべく連結した調速可能なモータとを備え、他方の液体収容容器の上部には液体非収容空間を設けて、該空間を気圧アクチュエータに連通連結してなる特許請求の範囲第1項又は第2項記載の粒体の硬度測定装置。

5. 粒体を挟んで圧迫すべく、接近、離隔可能に対設された一対の挟圧部材と、該挟圧部材間の離隔寸法を測定する測長手段と、一方の挟圧部材に連結された荷重計と、他方の挟圧部材に連結され、該他方の挟圧部材を前記一方の挟圧部材に対して接近、離隔させるべく移動させる駆動手段と、前記測長手段及び荷重計の測定結果を関連づけて表示する手段とを具備することを特徴とする粒体の硬度測定装置。

6. 前記駆動手段は気圧アクチュエータを含む

BEST AVAILABLE COPY

特許請求の範囲第5項記載の粒体の硬度測定装置。

7. 前記気圧アクチュエータは、圧気を供給し得べく構成した筒体内に、前記他方の挿圧部材に連結した杆体を遊嵌し、筒体と杆体との間に筒体内の気圧の変化にて杆体を筒体軸長力に向て変位せしめ得るべくダイアフラムを介した特許請求の範囲第6項記載の粒体の硬度測定装置。

8. 前記駆動手段は、気圧アクチュエータと、可搬性を有するサイホンにて連通連結した2つの液体収容容器と、一方の液体収容容器にこれを上下動させるべく運転可能なモータとを備え、他方の液体収容容器の上部には液体非収容空間を設けて、該空間を気圧アクチュエータに連通連結してなる特許請求の範囲第6項又は第7項記載の粒体の硬度測定装置。

### 3. 発明の詳細な説明

本発明は粒体の硬度を測定する装置に関し、特

に顆粒状、細粒状の薬剤を圧潰することによりその硬度を直接的に測定することを可能とする装置を提案するものである。

顆粒状、細粒状の薬剤の硬度を測定することはその物性を評価する上で極めて重要なが、従来その測定はこれらの粒体をボールミル内へ収納してこれを回転させ、その摩損度を測定する等の間接的な方法によつていたが、このような方法では粒体個々の硬度そのものを直接的に知ることは不可能であり、また滑沢剤等、他剤との混合系の場合には良好な測定が困難である等の問題点があり、粒体一粒ごとの硬度を測定し得る装置の開発が待たれていた。

本発明は斯かる事情に鑑みてなされたものであつて、粒体を挿圧して圧潰せることにより粒体個々の本質的な硬度を検知できるようにした粒体の硬度測定装置を提供することを目的とし、以下に本発明をその実施例を示す図面に基いて詳述する。

第1図は本発明に係る粒体の硬度測定装置の全

體的構成を示す模式図である。図において1は測定試料となる顆粒10を載置すべき台皿部1a及びこれに連結されて、台皿部1aに加わる荷重を計量するよう連結された荷重計部1bからかかる秤量器であり基台2上に載置されている。この秤量器1としては少くとも荷重測定値(又は秤量値)を表示する表示部1c又は荷重測定値に応じたアナログ電気信号を出力する端子1dを備えたもの(実施例のものは双方を備えている)を用い、特に表示部1cだけのものを用いる場合はピーク値保持が可能なものを用いるのがよい。またこの秤量器1としては、台皿部1aに連結された差動トランス等の変位検出手段とこの検出手段の出力に亘り、その変位、従つてまた台皿部1aの変位を零とすべく台皿部1aに連なる部分に駆動力を与える電磁アクチュエータとを備え、この電磁アクチュエータへの供給電流に関連する値を荷重情報として表示・出力する構成とした所謂駆動平衡型のものが望ましい。けだし、硬度測定中の顆粒10を観察するために秤量器1の側方に曲鏡鏡3が配

置されるが、秤量器1が上述の如く台皿部1aの位置がこれに加わる荷重に拘らず定位位置に在る構成のものである場合は顕微鏡3の視野を試験の進行に併せて変更調整する煩しさから解放されるからである。出力端子1dはエーカレコーダ4のエ入力端子4aに接続されている。

5は台皿部1aの中央部上方に、該台皿部1aと正対配置した加圧子であつて円柱の下端に下向きの円錐台を連設した形態を有し、加圧子5は取付板5aの下面に螺締されており、取付板5aの上面には後述する駆動杆6aとの連結のためのスリーブ6bが固定されている。加圧子5は駆動杆6aの上下動に従つて実質的に不動の台皿部1aに対して離隔、接近し、加圧子5と台皿部1aとの間の顆粒10を、加圧子5の接近により両者間で挟んでこれを圧潰するようにしている。即ち、加圧子5と台皿部1aとで測定試料を挟んで圧潰する一対の挿圧部材を構成している。取付板5aの下面における加圧子5の配置位置を外れた部分であつて、台皿部1aと対向する部分には副長セ

表示部7cの表示、出力端子7dの出力内容が加圧子5及び台皿部1a間の離隔寸法を表わすよう、前記両下端面間の差を補償すべく測長器本体7bの零調整を施しておく。

8は図示しない支持手段にてその筒体6bを支持された気圧アクチュエータであつて筒体6b及びこれに同心的に嵌合された駆動杆6aが船底姿勢をとり、駆動杆6aの筒体6b外に位置する下端部にスリープ5cを取付けてある。筒体6bは駆動杆6aよりも十分太く側部には圧気供給孔6cを有し、上端は適長に亘つて拡径した部分を有して閉塞され、また下端部も適長に亘つて拡径しており、この拡径部の下端末には筒体内周縁と駆動杆6aの対向部とに亘つて筒体6b内を気密に封じるダイアフラム6dが介装されている。またこのように密閉された筒体6b内に在る駆動杆6aの上端に近い位置と、これに対向する筒体の上部拡径部分の壁面との間にはダイアフラム6dが介装されているが、このダイアフラム6dには適所に小孔を開けてその上下の空間を連通させている。

センサ7aが取付けられている。測長センサ7aは測長器本体7bと共に加圧子5と台皿部1aとの間の寸法を測定するために設けたものであり、測長センサ7aは誘導コイル、検出コイルを内蔵し（両コイルを兼用するものもある）、測長器本体7bから誘導コイルに与えられた高周波電流にて導電体となる台皿部1aに誘電流を生ぜしめ、この誘電流による磁界を検出コイルにて捉えるという測長センサ7aと台皿部1aとの離隔寸法によつて変化する電磁的現象を利用して上記離隔寸法を検出するようにしたものであり、斯かる測長センサ7a及び測長器本体7bからなる測長器それ自体は公知のものである。測長器本体7bは測長結果の表示部7c及び測長結果に応じたアナログ電気信号を出力する端子7dを備えており、この出力端子7dはエーエレコード4のエ入力端子4aに接続されている。なお測長センサ7aの下端面は加圧子5の下端面よりも少し上方に位置せしめて、加圧子5と台皿部1aとが顆粒10を挟むするのを妨げることがないようにしているが、

斯かる構成により筒体6b内の気圧の増減によりダイアフラム6dの自由端（内周端）、従つてまた駆動杆6aを下方・上方へ変位させることとなる。そしてダイアフラム6dは駆動杆6aを筒体6bと同心的に且つ垂直姿勢とすべく保持し、しかもその上下動を円滑に行わせる。

8は図示しない台上に載置された固定容器であり、上部には一端を圧気供給孔6cに連結し、中途に放泄器9を設けた連通管11の他端を開口させてある。またこの容器8にはその底部に近い位置に一端を開口させ、他端を容器上方にて開口させた管12を設けており、この容器8は連通管11、管12以外の部分を封じてある。13はブーリ14に巻回された吊索15に吊垂された可動容器であり、その底部に下向きに形成したドレンと管12とを十分長いゴム管16にて連結してある。容器13の上部は開放されていて、ここから注入された水17が容器8、13の両底部を略々等高とした図示の状態で容器8の1/3程度を占め、また管12、ゴム管16内に満たされ、固定容器8と略々

△断面積でこれよりも長尺の可動容器13内において水面高さが固定容器8のそれと同様になるようにしてある。即ち管12及びゴム管16でサイホンが形成されている。なお容器8、13の底部を略等高とした図示の状態で容器8の上部空間、連通管11及び筒体6bの密封空間が大気圧となるよう当初の連結を行えばよい。

ブーリ14はモータ18の出力軸に固定されており、その正転で吊索15を巻き上げ、逆転で吊索15を繰り出し、これによつて可動容器13を昇降させ、固定容器8内の水位を昇降させることにより上記密封空間内の気圧を高低変化させてダイアフラム6dを変位させ、その結果駆動杆6a従つてまた加圧子5を台皿部1aに對して無近・離隔させる。18aはモータ18の調速ユニットであつて、モータ18の発停、正逆転制御の外、モータ18に運動連結したパルスジエネレータ（回転エンコーダ）の出力によるフィードバック制御を用いた調速制御を行うようにしてあり、それ自体は公知のものである。この調速制御により可動

特開昭57-147033(4)

容器13の上昇速度を変更すると加圧子5の下降速度(台皿部1aへの接近速度)が変じ、顆粒10を圧潰すべくこれを挾むる際の加圧速度が変更されることになる。なお可動容器13はモータ18の支持脚を兼ねるように構成した複数の案内柱(図示せず)等により横ゆれなく昇降するよう構成するのがよい。

上述の各構成部材の具体的寸法、仕様は測定対象、目的に応じて適宜選択すればよいが、1mm以下以下の顆粒状薬剤の場合秤量器1としては1mg単位で20g迄の測定が可能なもの、測長センサ7a及び測長器本体7bとなる測長器としては1/100mm単位で5mm迄の測定が可能なものを用い、また加圧子5の下端面の直径は約2mmとし、可動容器13を図示の位置とした場合(この状態で測定対象顆粒のセット或は圧潰済試料の除去が行われる)の加圧子5と台皿部1aとの離隔距離は10mm程度として操作を容易とし、更に加圧子5の駆動系、即ち気圧アクチュエータ6～モータ18に至る間の仕様は加圧子5を0～100mm/分程度の速度で下

降させ得る程度に選択するのが適当である。また加圧子5の上限位置(可動容器13の下限位置)を図示の状態と定め、試料セット位置で加圧子5が自動停止するように、例えば可動容器13の昇降域にマイクロスイッチを設け、これを制御ユニット18aに組入れてモータ18の発停制御に関連させる構成とするのが便宜である。

以上のように構成された本発明装置は図示の試料セット位置にした上で台皿部1aの加圧子5の直下域に測定対象の顆粒10を載置し、制御ユニット18aの操作により所定速度でモータ18を正転させ、且つエーカレコーダ4を起動すると共に、要すれば顕微鏡13にて顆粒10を観察する。

エーカレコーダ4には顆粒10の圧潰状態に応じて例えば第2図に示す如きチャートが描かれる事になる。即ち加圧子5が顆粒10に接触する迄はX出力、即ち加圧子5～台皿部1aの離隔寸法は減じていく一方、X出力、即ち荷重は0であるが、接触と共にY出力の変化は微小となる反面X出力が増大し、1回目の圧潰でX出力の極大値を示し、

X出力が減じ、またY出力も離隔寸法減少方向へ変化することになる。ところが圧潰によって生成した小分粒体に再び荷重が加わることになり、これが圧潰するまでX出力が増大することになり2回目の圧潰時よりも大きな極大値を示す。この2回目の圧潰にて微粒体状になつた後はそれ以上の圧潰を生じることなくX出力、即ち荷重値がオーバースケールとなる。エーカレコーダ4の監視によりオーバースケールとなつたところで或は顕微鏡観察により所定回数の圧潰を確認したところでモータ18を停止せねばよい。なお硬度の評価は、1回目の圧潰時ににおける荷重値(第1回目のピーク値)によるか、或は複数回(第2図の例では2回)の圧潰時ににおける荷重値の平均によるか、更には異なる加圧速度についての圧潰荷重値の平均によるか等、測定対象、その評価の目的、或は従来の評価方法との対応づけ等に応じて行なえばよい。

以上のように構成され、使用される本発明装置による場合は、従来は不可能であつた粒体の硬度を粒体個々に直接的に測定することが可能になる。

従つて結合剤、滑沢剤等を含む薬剤の硬度評価もその組成、配合等とは全く無関係に再現性よく硬度を測定することができる。

また本発明装置により加圧子の定位と荷重とをエーカレコーダに記録させる場合は圧潰に到る過程も捉えることができる。

また実施例の如くダイアフラムを用いた気圧アクチュエータにより加圧子を作動せしめるべくなし、しかも容器13の昇降によつて気圧アクチュエータの内圧を変化させるべく構成したので徐々に、しかも無振動状態で粒体への印加荷重を増加させることができるとから、測定対象個々の硬度のバラツキに荷重増加照様のバラツキが重なるようならずは皆無であり信頼性は極めて高い。

なお気圧アクチュエータとしては空気シリンド式のものを利用してもよいことは勿論である。更に容器13の上昇速度に比して加圧子の下降速度をより小とする場合は第3図に示す如く筒体6'aの上端部に通気孔6'bを開設し、また駆動杆6'aの上端部近くに取付けるダイアフラム6'cは気密

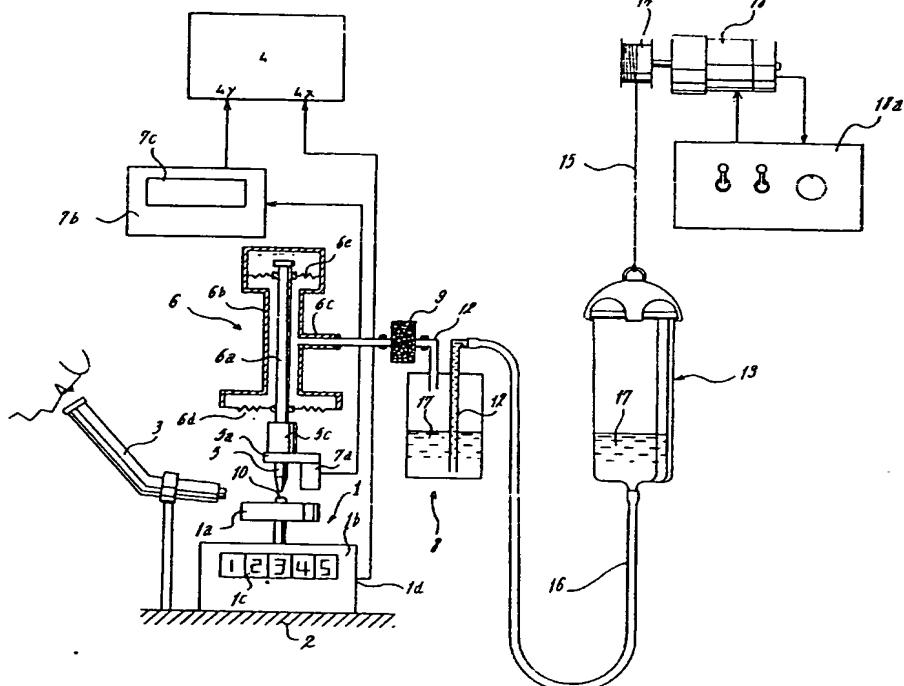
再現性よく測定することを可能とし、本発明はこの種の測定技術に画期的貢献をなすものである。

#### 4. 図面の簡単な説明

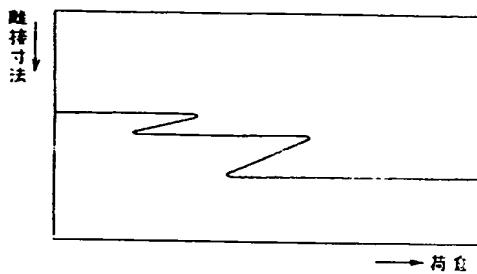
図面は本発明の実施例を示すものであるが、図1図は本発明装置の全般的構成を略示する模式図、図2図は測定結果の一例を示すチャート、図3図は気圧アクチュエータの他の実施例を示す略示断面図である。

1…秤量器 1a…台皿部 1b…荷重計  
4…ス-イレコーダ 5…加圧子 6…気圧アクチュエータ 7a…測長センサ 8, 13…容器  
18…モータ

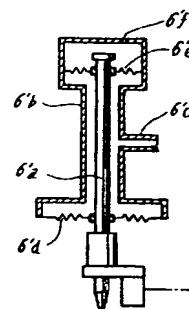
特許出願人 ロート製薬株式会社  
代理人 井理士 河野登夫



第1図



第 2 図



第 3 図

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**